

## HOCHAUFLÖSENDE 3D-CHARAKTERISIERUNG VON KERAMISCHEN WERKSTOFFEN

Dr. Sören Höhn, Dr. Jürgen Gluch, Dipl.-Ing. Kerstin Sempf

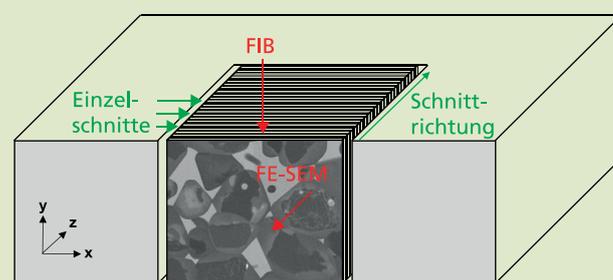
Für die Entwicklung und Optimierung von Hochleistungswerkstoffen sind hochauflösende Analysemethoden unverzichtbar. Bei vielen Proben liefern die konventionell an Querschliffen erzeugten zweidimensionalen Bilddaten nur eingeschränkte Informationen über Form, räumliche Anordnung und Beschaffenheit einzelner Gefügebestandteile. Die dreidimensionale Darstellung von Strukturen und Defekten gibt Aufschluss über die zu erwartenden Werkstoffeigenschaften. Diese Methode hat sich beispielsweise bei computertomografischen Messungen an großporigen Keramikschäumen bereits bewährt. Mit den Daten konnte die Mikrostruktur detailliert geometrisch charakterisiert und Werkstoffdatensätze zur Bauteillegung gewonnen werden. Für keramische Hochleistungswerkstoffe, deren Strukturen typischerweise im Submikro- und Nanometerbereich liegen, reicht die laterale Auflösung von konventionellen Computertomographen im Allgemeinen nicht mehr aus.

Am Fraunhofer IKTS haben sich zwei Verfahren – die FIB-Tomographie sowie die Nano-Röntgentomographie – etabliert, mit denen dreidimensionale Gefügeanalysen bis in den nanoskaligen Bereich möglich sind.

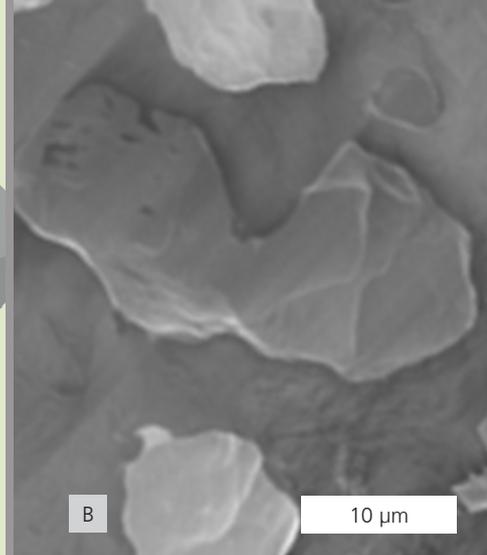
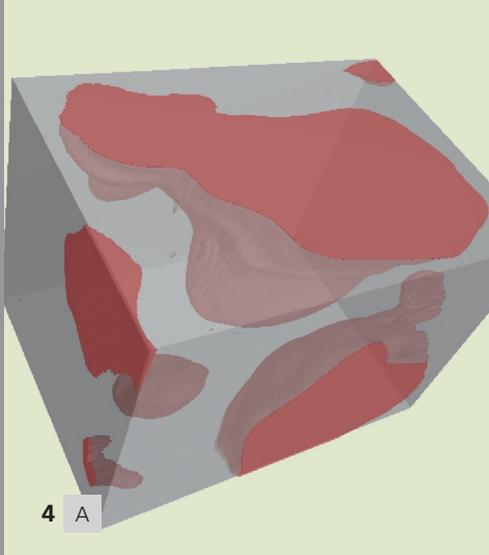
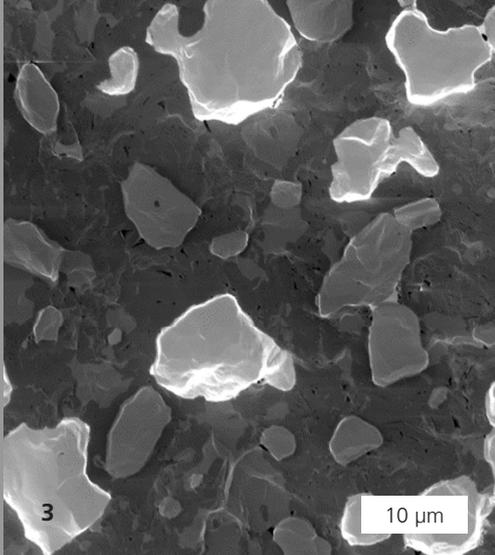
Die FIB-Tomographie basiert auf der Erstellung von Serienschritten mit Hilfe einer Focused-Ion-Beam (FIB). Diese werden hochauflösend und kontrastreich im Rasterelektronenmikroskop (FE-SEM) dargestellt, wobei Strukturen bis zu einer lateralen Auflösung von ca. 10 nm abgebildet werden können (Grafik rechts). Durch die elektronische Zusammensetzung von mehreren hundert Schnittbildern mit einer geeigneten 3D-Software lässt sich abschließend ein Volumendatensatz generieren. In Kombination mit der energiedispersiven Röntgenanalyse (EDX) werden zusätzlich drei-

dimensionale Elementbilder des Werkstoffs erstellt, wie Bild 1 am Beispiel einer  $\text{MoSi}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ -Kompositprobe zeigt.

### Prinzip der FIB-Tomographie



Die Möglichkeiten der FIB-Tomographie in Verbindung mit den Kontrastmöglichkeiten des FE-SEM werden nachfolgend in einem Beispiel demonstriert. Der Kompositwerkstoff  $\text{TiB}_2/\text{BN}$  wird als Verdampferschiffchen, z. B. für die Aluminiumverdampfung, eingesetzt. Bornitrid (BN) ist in diesem Werkstoff für die guten thermomechanischen Eigenschaften verantwortlich. Eine elektrische Leitfähigkeit, die für die direkte Beheizung notwendig ist, wird durch das  $\text{TiB}_2$  ermöglicht. Für eine homogene Erwärmung muss das  $\text{TiB}_2$  ein dreidimensionales Netzwerk bilden. Lokale Inhomogenitäten oder auch Alterungsprozesse können dieses Netzwerk stören. Eine gute Charakterisierungsmöglichkeit für die Verteilung der  $\text{TiB}_2$ -Phase ist somit Voraussetzung für ein effizientes Werkstoffdesign und das Verständnis der Alterung der Verdampfer. Die Feldemissions-Rasterelektronenmikroskopie ist eine probate Methode, um die perkolierten und isoliert vorliegenden  $\text{TiB}_2$ -Teilchen zu unterscheiden. Durch geeignete Abbildungsbedingungen und die Verwendung des In-lens-Detektors können die im Netzwerk verbundenen  $\text{TiB}_2$ -Teilchen von den isoliert vorliegenden



## MATERIAL- UND PROZESSANALYSE

TiB<sub>2</sub>-Körnern unterschieden werden (Bild 3). Der zur elektrischen Leitfähigkeit beitragende TiB<sub>2</sub>-Anteil wird in der FE-SEM-Abbildung hell dargestellt. Die in der BN-Matrix isoliert vorliegenden TiB<sub>2</sub>-Körner erscheinen dunkel. Die FIB-Tomographie ermöglicht einen dreidimensionalen Einblick in das ausgebildete TiB<sub>2</sub>-Netzwerk sowie die Überprüfung der nahen Umgebung der nicht eingebundenen TiB<sub>2</sub>-Körner. Damit können zweidimensionale Aussagen (Bild 4B) zum Werkstoff durch Aussagen in die dritte Dimension verifiziert (Bild 4A) und die Kontraste von FE-SEM-Abbildungen besser verstanden und interpretiert werden.

Ein weiteres Verfahren, das am Fraunhofer IKTS zur Analyse von Strukturen und Fehlern in keramischen Werkstoffen eingesetzt wird, ist die Nano-Röntgentomographie. Das Verfahren ermöglicht im Bereich der Materialwissenschaft die zerstörungsfreie Untersuchung von Struktur- und Funktionswerkstoffen auf mikroskopischer Ebene mit einer Auflösung bis ca. 50 nm. Ist der Röntgen-Absorptionskontrast zwischen den Komponenten eines Materials gering, so kann eine Kontrasterhöhung durch Ausnutzung des Zernike-Phasenkontrasts erreicht werden. Dadurch werden vor allem Grenzflächen und Oberflächen, aber auch Delaminationen und Risse hervorgehoben. Miniaturisierte thermische und mechanische Prüfvorrichtungen im Strahlengang des Röntgenmikroskops

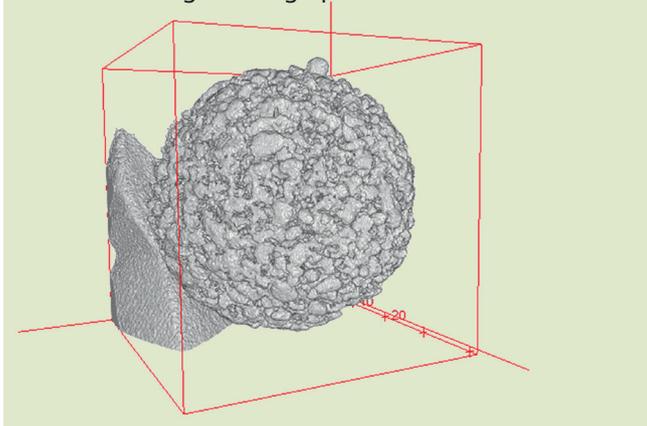
erlauben Experimente so zu beobachten, dass neben 3D-Informationen auch 4D-Datensätze gewonnen werden können.

In der Grafik links ist die mittels Nano-Röntgentomographie generierte dreidimensionale Struktur eines Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Granulats dargestellt. Eine mittels FIB-Tomographie generierte Struktur aus derselben Granulatcharge zeigen die Bilder 2A und 2B.

### Leistungs- und Kooperationsangebot

- Generierung von hochauflösenden 3D-Datensätzen für die dreidimensionale Analyse der Mikrostruktur, der Probenzusammensetzung (EDX) und zur Fehleranalytik
- Hochauflösende 2D- und 3D-Röntgenmikroskopie bis minimal 32 nm Pixelbreite
- Untersuchung kinetischer Prozesse, In-situ-Experimente: Temperaturkammer, chemische Reaktionskammer, mechanische Tests
- Kontrastreiche Abbildung durch variable Detektionsmöglichkeiten
- Aufnahme und Rekonstruktion von 3D- und 4D-Datensätzen (Tomographie, Laminographie, zeitaufgelöste Tomographie und Bildserien)
- Datenauswertung, Segmentierung
- Bauteil- und Werkstoffcharakterisierung

### 3D-Abbildung der Mikrostruktur eines Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Granulats mit Nano-Röntgentomographie



- 1 3D-EDX am Beispiel einer MoSi<sub>2</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Probe (Magenta: Yb, Rot: N, Blau: Mo).
- 2 3D-Abbildungen der Mikrostruktur eines Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Granulats mit FIB-Tomographie (A) und rekonstruiertes 3D-Volumen (B).
- 3 FE-SEM-Aufnahmen einer BN/TiB<sub>2</sub>-Keramik, aufgenommen mit dem In-lens-Detektor.
- 4 Rekonstruiertes 3D-Volumen (A) eines TiB<sub>2</sub>-Teilchens (B) in der BN-Matrix.